

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-126891

(43)Date of publication of application : 27.04.1992

(51)Int.Cl.

D21H 13/12
B01D 39/16
D01F 6/18
D21D 1/34
// D04H 1/42
D21H 17/37

(21)Application number : 02-245262

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 14.09.1990

(72)Inventor : MIYAGAWA KO
OZAKI TORU

(54) FINE POLYACRYLIC FIBER MATERIAL AND PRODUCTION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject material useful as a filter medium, nonwoven cloth, vibration plate, etc., by dispersing polyacrylic fiber in water, etc., passing through a narrow orifice under specific pressure difference, quickly decelerating the dispersion by colliding against a wall at a high speed to apply strong shearing force to the fiber and repeating the above process.

CONSTITUTION: Polyacrylic fibers are dispersed in water or an organic solvent (e.g. isopropyl alcohol, ethylene glycol or ethyl acetate) which does not dissolve the polyacrylic fiber. The dispersion is passed through a narrow orifice under a pressure difference of $\geq 200\text{kg/cm}^2$, preferably $300\text{--}500\text{kg/cm}^2$ and allowed to collide against a wall at a high speed to effect quick deceleration of the dispersion and application of strong shearing force to the polyacrylic fiber. The above procedures are repeated to obtain the objective material containing polyacrylic fibers having uniform diameter and dispersed in the material in a state randomly oriented as a whole without forming a bundle. The diameter of the polyacrylic fiber measured in dry state is $0.01\text{--}1.0\mu\text{m}$ ($0.1\mu\text{m}$ on an average) and the length of the fiber is ≥ 100 times the fiber diameter.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-126891

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)4月27日

D 21 H 13/12
B 01 D 39/16
D 01 F 6/18
D 21 D 1/34
// D 04 H 1/42

D 21 H 17/37

A 7059-4D
B 7199-3B
8118-3B
X 7332-3B
L 7332-3B

8118-3B D 21 H 5/00
8118-3B 5/12
9158-3B 3/38

Z
A

1 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)

⑮ 発明の名称 微細ポリアクリル繊維材料及びその製造法

⑯ 特 願 平2-245262

⑰ 出 願 平2(1990)9月14日

⑱ 発 明 者 宮 川 澁 兵庫県揖保郡御津町497-48

⑲ 発 明 者 尾 崎 亨 兵庫県姫路市網干区興浜1903-3

⑳ 出 願 人 ダイセル化学工業株式 大阪府堺市鉄砲町1番地
会社

㉑ 代 理 人 弁理士 古 谷 馨 外3名

日 月 年

1. 発明の名称

微細ポリアクリル繊維材料及びその製造法

2. 特許請求の範囲

1 乾燥状態で測定した時の直径が0.01 μ mから1.0 μ mの範囲にあり、平均として0.1 μ m程度であり、直径の100倍以上の長さを持つほぼ均一な太さのポリアクリル繊維が結束しないで全体として乱雑な方向で存在しているポリアクリル繊維材料。

2 水もしくはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中で微小繊維が再凝集を起こさない請求項1記載のポリアクリル繊維材料よりなる微細ポリアクリル繊維集合物。

3 ポリアクリル繊維を水もしくはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中に分散させ、少なくとも200kg/cm²の圧力差で小径オリフィスを通過させ、高速で器壁に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル繊維に強い剪断力を与える操作を繰り返すこと

ことを特徴とする請求項2記載の微細ポリアクリル繊維材料の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は微細ポリアクリル繊維集合物及びその製造法に関する。

(従来の技術及びその課題)

従来、工業的に広く用いられている合成繊維はその繊維径が3~20 μ m程度のものであるが、近年、繊維径が0.1 μ m程度の微細繊維が注目されつつある。

0.1 μ m程度の繊維径を有する合成繊維の集合物は繊維径が極めて細かいために有用な点が多い。例えば通常では捕捉できないような粒子が捕捉されるため濾過材としての用途、空気を多量に含むため保温材としての用途、印刷適性が良好であるために紙及び紙力増強材としての用途等多方面の利用分野が期待できる。

しかしながら、繊維径が0.1 μ m程度の微細繊維を工業的に得ようとすれば特殊な紡糸技術、

紡糸設備が必要となるなどの問題があった。
(課題を解決するための手段)

本発明者らは上記の問題点を解決すべく鋭意研究した結果、本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、乾燥状態で測定した時の直径が 0.01μ から 1.0μ の範囲にあり、平均として 0.1μ 程度であり、直径の100倍以上の長さを持つほぼ均一な太さのポリアクリル繊維が結束しないで全体として乱雑な方向で存在しているポリアクリル繊維材料、水もしくはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中で微小繊維の再凝集を防止した上記のポリアクリル繊維材料よりなる微細ポリアクリル繊維集合物、並びにポリアクリル繊維を水もしくはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中に分散させ、少なくとも $200\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力差で小径オリフィスを通して、高速度で器壁に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル繊維に強い剪断力を与える操作を繰り返す行なうことを特徴とする上記の微細ポリアクリル繊維集合物の製造

法を提供するものである。尚、ここで「再凝集を防止した」とは再凝集を起こさないという意味である。更に詳しく説明すればポリアクリル繊維の懸濁液が再凝集しないよう処理しなくても十分に安定であり、放置しても再凝集しない懸濁液のことである。

また、ポリアクリル繊維とはポリアクリロニトリル系合成繊維のことであり、ポリアクリロニトリル又はアクリロニトリルを主成分とする共重合体を紡糸して得られる合成繊維で、共重合体成分、溶剤及び紡糸法等によって種々の製品がある。

本発明において、ポリアクリル繊維は水分散液の状態で微細化されるか、或いはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中で又は該溶媒と水との混合物中で分散された状態でも微細化される。ポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒としては、例えばイソプロピルアルコール等の1価アルコール、エチレングリコール、グリセリン等の多価アルコール類、ジエチルエーテル

等のエーテル類、酢酸エチル等のエステル類等が挙げられる。

また、本発明において繊維の微細化には高圧ホモジナイザー、ディスクリフレイナー、ジョルグン、ビーター等が使用されるが、高圧ホモジナイザーは特に有効な手段である。高圧ホモジナイザーとしては例えば *Manton-Gaulin* (商標) ホモジナイザーとして市販されているものが挙げられる。この装置は本来乳製品製造業等において均質な液体エマルジョン、分散体の製造に用いられている装置であり、高圧ポンプ、高圧ポンプから微細液を高圧で吐出する弁装置、吐出液が衝突する弁座装置及び処理液の高圧ポンプ吸入側への循環流路を備えている。この種の装置とその作動については公知の文献、例えばケミカル・エンジニアリング (Chemical Engineering), 13(5), 85-92, 1976に記載されている。

高圧ホモジナイザー処理は本質的に連続であるが、処理液の仕込みは回分式、即ち半連続的

操作として実施することができる。処理圧力、処理回数等は得られた処理液の性状を所望のものと比較することにより容易に決めることができる。処理圧力が高いほど処理回数が少なくても同程度のレベルの微細化効果が期待できる。

この高圧ホモジナイザーによってアクリル繊維を処理する場合は濃度 $0.5\sim 10$ 重量%のアクリル繊維スラリー(媒体は水もしくはアクリル繊維を溶解しない有機溶媒)を調製し、このスラリーを小径オリフィスを通して際に、少なくとも $200\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力差で高速度を与え次にこれをオリフィス出口近傍の壁面に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル繊維を剪断及び切断する作用を行なわせる。この工程をアクリル繊維がマイクロファイブリ化され、実質的に安定な懸濁液となるまで繰り返すことにより本発明の目的とする微細な繊維径のアクリル繊維集合物が得られる。

懸濁液の安定性は、安定量、液体保持力値、粘度、ジョッパーろ水度及びZ-電位の物性値

により評価される。本発明においてポリアクリル繊維懸濁液の安定量、液体保持力値、粘度、ショッパール水度及びZ-電位は以下に示す方法により測定される。

1) 安定量

ポリアクリル繊維のゲル状態懸濁液を希釈し0.5重量%の分散液を調製する。これを100ccのメスシリンダーに入れ、室温で1時間放置した後、生ずる透明な上澄液量をA ccとした時に、100-Aで定義される値を安定量とした。安定量は分散懸濁液の分離のしにくさを表す指標であり、全く分離しない分散液の安定量は100である。

2) 液体保持力値

ポリアクリル繊維の水又はポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒の懸濁液試料を200メッシュの濾布に入れ、これを遠心効果1300の遠心力で20分間処理し脱液する。その後試料を取り出してその重さ(W₂ g)を測定する。次にこの試料を105℃で恒量となるまで乾燥

し、その重さ(W₂ g)を測定する。液体保持力値は次式で算出される。

$$\text{液体保持力値} = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times 100$$

液体保持力値は保水力を表す指標であり、数値が大きい程保水力は大となる。

3) 粘度

2重量%固形分濃度の懸濁液試料を25℃に調温し、B型粘度計(東京計器製、型式B1型)を用い、ローターNo.4、60回転で粘度を測定する。

4) ショッパール水度(°SR)

JIS F8121-1978「バルブのろ水度試験方法」に準じて行なう。

5) Z-電位

流動電位測定装置 ZP-108 型(島津製作所)を用いて行なう。

本発明の実施に際してはポリアクリル繊維を長さ0.5mm以下に粉砕したものを原料とし、こ

れを水又はポリアクリル繊維を溶解しない適当な有機溶媒に分散させて懸濁液とする。懸濁液の濃度は重量%で1~10%の範囲が好ましい。

この懸濁液を前述の高圧ホモジナイザー等に導入し、少なくとも200kg/cm²、好ましくは300~500 kg/cm²の圧力を加え、高圧ホモジナイザーを通過させる。この間に切断力がポリアクリル繊維に加えられるが、その効果は主として繊維軸と平行な方向に引き裂き、はくずような力として得られ、次第に繊維はマイクロフィブリル化されると共に上記の物性値で定義される懸濁液としての安定性が増大する。

(発明の効果)

本発明によれば、通常の細い繊維を得る紡糸技術では達成できない従来の常識の範囲にない全く新たな微細ポリアクリル繊維集合物及びその製造法が提供される。

本発明によって得られる微細ポリアクリル繊維集合物は合成繊維からなる集合物でありながら、単独で抄紙性を有すると共に無機、有機固

体の分散性能に優れているため、高性能濾過材、不織布のみならず、振動板、無機紙、セメント加工品、セラミック加工品等の添加剤としての用途も期待される。

(実施例)

以下実施例にて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例1

ポリアクリル繊維(1.5デニール)を遠心粉砕機(日本精機製作所製、タイプ 2M1)で予備粉砕する。金網は0.25mmの孔径のものを使用する。粉砕したポリアクリル繊維40gを水1960gに分散してポリアクリル繊維分2%の分散液を調製する。

これを高圧ホモジナイザー(Gaulin 15M-8TA)に常温(約25℃)で仕込み、圧力500kg/cm²G、回転20回の処理を行い、懸濁液を得た。得られた懸濁液の物性値は、安定量100、液体保持力値1090、粘度5000cps、ショッパール水度88°SR、Z-電位は-0.4mV(0.2%懸濁液)であっ

た。

上記で得られた水懸濁液を流延法によりフィルム化した。得られたフィルムの物性値を表-1に示す。また、同フィルムの電子顕微鏡写真を図-1に示す。図-1において、フィルムを構成する繊維の平均繊維径は約0.1 μ mである。

表 - 1

	厚み (mm)	引張強度 (kg/cm ²)	伸度 (%)
縦方向	0.12	149	5.7
横方向	0.13	147	5.7

測定条件：レオメータ（不動工業製）

フィルム幅：10mm

フィルム長さ：50mm

引張強度：60mm/min

比較例 1

実施例 1 と同様に予備粉碎したポリアクリル繊維をポリアクリル繊維分 2 % となるように水

に分散させ、分散液の物性値を測定したところ、安定値 0、液体保持力値 0、粘度 100cps、ショッパール水度 11° SR、Z-電位は -7.3mV であった。また、この分散液をフィルム化することは不可能であった。

実施例 2

実施例 1 と同様に予備粉碎したポリアクリル繊維 40g をイソプロピルアルコール（以下 IPA と略記する）1960g に分散してポリアクリル繊維分 2 % の分散液を調製する。

これを高圧ホモジナイザー（Guslin 15M-ETA）に常温（約 25℃）で仕込み、圧力 500kg/cm² G、回数 20 回の処理を行い、懸濁液を得た。得られた IPA 懸濁液の物性値は、安定値 100、IPA 保持力値 950、粘度 3400cps、ショッパール水度 93° SR、Z-電位は -29.4mV（0.2% 懸濁液）であった。

上記で得られた IPA 懸濁液を流延法によりフィルム化した。得られたフィルムの物性値を表-2に示す。また、同フィルムの電子顕微鏡写

1 1

1 2

真を図-2示す。図-2において、フィルムを構成する繊維の平均繊維径は約0.1 μ mである。

表 - 2

	厚み (mm)	引張強度 (kg/cm ²)	伸度 (%)
縦方向	0.13	237	5.0
横方向	0.14	231	5.9

測定条件：レオメータ（不動工業製）

フィルム幅：10mm

フィルム長さ：50mm

引張強度：60mm/min

比較例 2

実施例 2 と同様に予備粉碎したポリアクリル繊維をポリアクリル繊維分 2 % となるように IPA に分散させ、分散液の物性値を測定したところ、安定値 0、液体保持力値 0、粘度 80cps、ショッパール水度 13° SR、Z-電位は -38.6mV であった。また、この分散液をフィルム化すること

は不可能であった。

4. 図面の簡単な説明

図-1 は実施例 1 で得られたフィルムを構成する繊維の形状を示す電子顕微鏡写真。図-2 は実施例 2 で得られたフィルムを構成する繊維の形状を示す電子顕微鏡写真である。

出願人代理人 吉 谷 肇
(外 3 名)

1 3

1 4

図 1

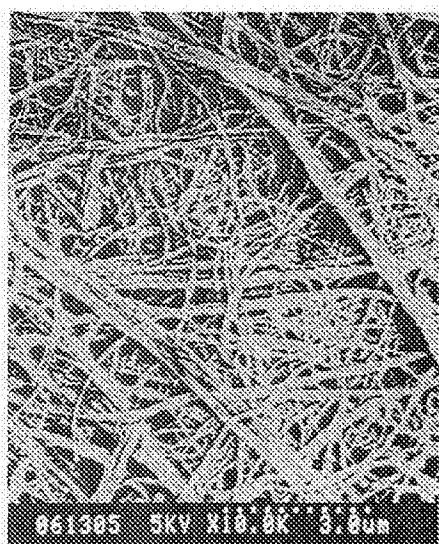


図 2

